

## ⑪ 公開特許公報(A)

昭63-309565

⑫ Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 09 D 3/82  
5/00  
C 10 M 107/50  
173/02  
// C 10 N 20:06  
40:00  
50:02

識別記号  
PMS  
PPK  
113

庁内整理番号  
7224-4J  
7224-4J  
7921-4H  
F-8217-4H

⑬ 公開 昭和63年(1988)12月16日

審査請求 未請求 発明の数 1 (全5頁)

⑭ 発明の名称 シリコーンゴム粒状物の水分散液

⑮ 特 願 昭62-146681

⑯ 出 願 昭62(1987)6月12日

⑰ 発 明 者 清水 幸 治 千葉県市原市青葉台4丁目25番-14  
⑱ 発 明 者 浜 田 光 男 千葉県木更津市大久保3丁目5番17  
⑲ 出 願 人 トーレ・シリコーン株 東京都中央区日本橋室町2丁目3番16号  
式会社

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

シリコーンゴム粒状物の水分散液

## 2. 特許請求の範囲

- 1(A)水 100重量部、  
(B)平均粒子径0.1~1000μmのシリコーンゴム粒状物

1~35重量部、

及び

- (C)界面活性剤 0.05~10重量部  
から成るシリコーンゴム粒状物の水分散液。

2 潤滑剤であることを特徴とする特許請求の範囲  
① 第1項記載のシリコーンゴム粒状物の水分散液。3 離型剤であることを特徴とする特許請求の範囲  
① 第1項記載のシリコーンゴム粒状物。

## 3. 発明の詳細な説明

[産業上の利用分野]

本発明は、シリコーンゴム粒状物の水分散液に関するものであり、詳しくは、これを各種基材表面に塗布した場合、該基材表面に優れた潤滑性と離型性を付与し得るという特徴を有する

シリコーンゴム粒状物の水分散液に関するものである。

[従来技術]

従来、シリコーン油を主成分とする水分散液は知られており、潤滑剤あるいは離型剤として広く利用されている。

[発明が解決しようとする問題点]

ところが、シリコーン油を主成分とする水分散液はこれを各種基材表面に塗布した場合、該基材表面がべとついたり、ゴミ、ほこり等を吸着し汚れるという問題点があり、また、用途によっては潤滑性あるいは離型性に劣るという問題点があった。

本発明は、かかる問題点を解決することを目的とするものであり、これを各種基材表面に塗布した場合には該基材表面に優れた潤滑性と離型性を付与し得るという特徴を有するシリコーンゴム粒状物の水分散液を提供するにある。

[問題点を解決するための手段とその作用]

かかる本発明は、

- (A)水 100重量部、  
(B)平均粒子径0.1~1000μmのシリコーン

ンゴム粒状物

1～35重量部、

及び

(C)界面活性剤 0.05～10重量部  
から成るシリコーンゴム粒状物の水分散液に関するものである。

これを説明するに、本発明に使用される(A)成分の水はシリコーンゴム粒状物を均一に分散させるための媒体であり、水であればよく特に限定されない。

本発明に使用される(B)成分のシリコーンゴム粒状物は、その平均粒子径が0.1～1000 $\mu$ mであることが必要とされ、好ましくは、0.5～20 $\mu$ mである。これは、平均粒子径が0.1 $\mu$ m未満になるとべとつきが発生し、また1000 $\mu$ mを越えると水分散液としての保存安定性が失われるからである。かかるシリコーンゴム粒状物を構成するシリコーンゴムについては特に限定されず、例えば、分子鎖末端に水酸基を有するジオルガノポリシロキサンと1分子中に少なくとも3個のケイ素原子結合水素原子を有するオルガノハイドロジェンポリ

シロキサンとケイ素原子に結合する水素原子を1分子中に少なくとも2個含有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンと白金系化合物触媒から成る液状付加反応硬化型シリコーンゴム組成物を水自体もしくは界面活性剤を含む水の中に入れ、該水自体もしくは界面活性剤を含む水を撹拌することにより、前記シリコーンゴム組成物を微粒子状に分散させて液状シリコーンゴム組成物の水分散液を造り、しかる後該水分散液を加熱し前記液状シリコーンゴム組成物を硬化させるか、または該水分散液を温度25℃以上に加熱した水中に分散させ、前記液状シリコーンゴム組成物を粒状に硬化させることによって得られる。

(2) また、分子鎖末端に水酸基を少なくとも2個含有するオルガノポリシロキサンとケイ素原子に結合する水素原子を1分子中に少なくとも3個含有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンと有機錫系過酸化物触媒から成る液状縮合反応硬化型シリコーンゴム組成物を水自体もしくは界面活性剤を含む水の中に入れ、該水自体もしくは界面活性剤を含む水を撹拌する

シロキサンを縮合反応触媒の存在下に脱水縮合反応して得られる縮合反応硬化型シリコーンゴム、1分子中に少なくとも2個のアルケニル基を有するオルガノポリシロキサンと1分子中に少なくとも2個のケイ素原子結合水素原子を有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンを白金触媒の存在下に付加反応して得られる付加反応硬化型シリコーンゴム、分子鎖末端及び／又は側鎖にビニル基を有するジオルガノポリシロキサンを有機過酸化物の存在下にラジカル反応して得られるラジカル反応硬化型シリコーンゴムが挙げられるが、本発明においては製造上の容易さから前者2者が好ましい。かかる(B)成分のシリコーンゴム粒状物は数多くの方法によって得られるが、最終的に保存安定性のよいシリコーンゴム粒状物の水分散液を得ることが出来ればよく、その製造方法は特に限定されない。かかる(B)成分のシリコーンゴム粒状物の製造方法の具体例を示せば、例えば次のような方法が挙げられる。

(1) ビニル基に代表されるアルケニル基を1分子中に少なくとも2個含有するオルガノポリ

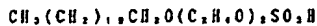
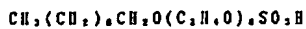
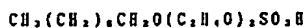
ことにより、前記シリコーンゴム組成物を微粒子状に分散させ液状シリコーンゴム組成物の水分散液を造り、しかる後該水分散液をそのまま長期間放置するか、または加熱するか、または該水分散液を温度25℃以上に加熱した水中に分散させ、前記液状シリコーンゴム組成物を粒状に硬化させることによって得られる。かかる(B)成分の配合量は(A)成分100重量部に対して1～35重量部の範囲であり、好ましくは5～25重量部の範囲内である。これは1重量部未満になると(B)成分の量が少なくなりすぎ、これを各種基材表面に適用した場合に該基材表面に潤滑性と離型性を付与できなくなるからであり、また35重量部を越えるとシリコーンゴム粒状物の水分散液としての保存安定性が低下するからである。

本発明に使用される(C)成分の界面活性剤は(B)成分であるシリコーンゴム粒状物を水の中に均一に分散させ、本発明の水分散液の保存安定性を向上させる働きをする。かかる(C)成分はシリコーン油のエマルジョンを形成するため有用とされる従来公知の界面活性剤あるいは

乳化剤であり、特に限定されない。かかる界面活性剤としては、次のようなノニオン系界面活性剤、アニオン系界面活性剤、カチオン系界面活性剤があるが、これらの中でもノニオン系界面活性剤が好ましく使用される。

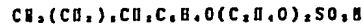
ノニオン系界面活性剤としては、ポリオキシアルキレンアルキルエーテル、ポリオキシアルキレンアルキルフェノール、ポリオキシアルキレンアルキルエステル、ポリオキシアルキレンソルビタンエステル、ポリエチレングライコール、ポリプロピレングライコール、ジエチレングライコールトリメチルノナノールのエチレンオキサイド付加物が例示される。

アニオン系界面活性剤としては、ヘキシルベンゼンスルホン酸、オクチルベンゼンスルホン酸、デシルベンゼンスルホン酸、ドデシルベンゼンスルホン酸、セチルベンゼンスルホン酸、ミリスチルベンゼンスルホン酸のようなアルキルベンゼンスルホン酸、



化型シリコーンゴム組成物を界面活性剤を含む水中に吐出し乳化した後、該シリコーンゴム組成物を硬化せしめてシリコーンゴム粒状物を得る場合には、白金触媒の活性を失わせる原子、例えば硫黄原子、リン原子を含む界面活性剤は付加反応硬化性シリコーンゴム組成物の硬化を阻害するので好ましくないし、また、上記(2)のようにビニル基を含有するオルガノポリシロキサンとケイ素原子に結合する水素原子を含有するオルガノハイドロジェンポリシロキサンの脱水素反応によって硬化する縮合反応硬化型シリコーンゴム組成物を界面活性剤を含む水中に吐出し乳化した後、該シリコーンゴム組成物を硬化せしめてシリコーンゴム粒状物を得る場合には、アニオン系乳化剤はオルガノハイドロジェンポリシロキサンの安定性を損なうために好ましくない。

また、本発明においては界面活性剤は1種もしくは2種以上を併用して使用してもよい。かかる(C)成分の配合量は(A)成分100重量部に對して0.05~10重量部の範囲内であり、好ましくは0.5~5重量部に範囲内である。



のようなポリオキシエチレンモノアルキルエーテルの硫酸エステル、アルキルナフチルスルホン酸が例示される。

カチオン系界面活性剤としては、オクチルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ドデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、ヘキサデシルトリメチルアンモニウムヒドロキシド、オクチルジメチルベンジルアンモニウムヒドロキシド、デシルジメチルベンジルアンモニウムヒドロキシド、ジオクタデシルジメチルアンモニウムヒドロキシド、牛脂トリメチルアンモニウムヒドロキシド、ヤシ油トリメチルアンモニウムヒドロキシドのような第4級アンモニウムヒドロキシド及びこれらの塩が例示される。

尚、本発明において使用される界面活性剤は、シリコーンゴムの種類、シリコーンゴム粒状物の製造方法の違いによって不適なものもあるので、シリコーンゴムの種類、シリコーンゴム粒状物の製造方法に適した界面活性剤をその粘度適宜選択して用いる必要がある。例えば、上記(1)のように白金触媒で硬化可能な付加反応硬

これは0.05重量部未満になると本発明の水分散液の保存安定性が低下し、シリコーンゴム粒状物が水と分離するし、また10重量部を超えると界面活性剤の量が多すぎ、各種基材表面に優れた潤滑性と離型性を付与できなくなるからである。

本発明は、上記(A)成分~(C)成分を均一に混合することによって容易に得られる。あるいは上記(B)成分を例えば上記(1)または(2)のようにして界面活性剤を含む水の中で製造した場合には、得られたシリコーンゴム粒状物の水分散液自体の水の量、シリコーンゴム粒状物の量、乳化剤の量を調節することによって得られる。すなわち、(1)で得られたシリコーンゴム粒状物の水分散液に所定量の水及び/又は界面活性剤を加えて均一に混合し安定させることによって得られる。さらに本発明は上記(1)の製造時において、(A)~(C)成分の量を調整して最終的に得られる水分散液中の(A)~(C)成分の量が各々所定量配合されてなるようにすることによって得られる。また、上記(B)成分を界面活性剤を含まない水の中、すなわち水自体の中で製

造した場合には、得られたシリコーンゴム粒状物の水分散液に所定量の(C)成分を加えて乳濁液とし、しかる後これに所定量の(A)成分を加えて安定化することによって容易に得られる。

本発明の水分散液は、保存安定性に優れ、これを各種基材に塗布した場合には該基材表面に優れた潤滑性と離型性を付与する。したがって潤滑剤あるいは離型剤として好適に使用される。

#### [実施例]

次に実施例にて本発明を説明する。実施例中部とあるのは重量部を示す。

#### 実施例 1

分子鎖両末端にヒドロキシ基を有する粘度 80 センチポイズのジメチルポリシロキサン(水酸基含有量 1.5 重量%) 100 部に分子鎖両末端がトリメチルシロキシ基で封鎖された粘度 10 センチポイズのメチルヒドロジェンポリシロキサン(ケイ素原子結合水素原子の含有量 1.5 重量%) 12 部を加えて混合した(混合物 A)。

次に上記と同じジメチルポリシロキサン 100 部にジブチル錫ジオクトエート 2 部を加えて

またこの電線表面の電子顕微鏡写真を撮り、その表面状態を観察したところ、平均粒子径 5  $\mu$ m のシリコーンゴム粒状物が均一に付着し、コーティングされていた。なお、上記硬質塩化ビニル樹脂で被覆された電線の押出条件は次の通りであった。

押出機	スクリュートタイプ
ダイス	直径 5 mm
温度	200℃
芯線	直径 5 mm
浴槽の温度	25℃

#### 実施例 2

分子鎖両末端がジメチルビニルシロキシ基で封鎖された粘度 500 センチポイズのジメチルポリシロキサン(ビニル基含有量 0.5 重量%) 100 部に分子鎖両末端がトリメチルシロキシ基で封鎖された粘度 10 センチポイズのメチルヒドロジェンポリシロキサン(ケイ素原子結合水素原子の含有量 1.5 重量%) 6 部を加えて混合した(混合物 A)。

次に上記と同じジメチルポリシロキサン 100 部に塩化白金酸のイソプロピルアルコール溶

混合し、上記と同様な混合物を得た(混合物 B)。この混合物 A と混合物 B を各々別の貯蔵タンクに投入し、これらのタンクを -10℃ に冷却した。次にこの混合物 A 100 部と混合物 B 100 部をスタックミキサー[特殊機化工業(株)製エレメント数 10 個]に送り込み均一に混合しながらコロイドミルに送り、同時にこれに水 1000 部と界面活性剤(トリメチルノナノールのエチレンオキサイド付加物、ユニオンカーバイドコーポレーション製、非イオン界面活性剤、タジトール TMN-6) 2.5 部を送り込み、1400 回転/分、間隔 0.1 mm の条件下で混合しシリコーンゴム粒状物の水分散液を得た。なお、該水分散液中のシリコーンゴム粒状物を取り出し、その粒子径を測定したところ、平均粒子径は 5  $\mu$ m であった。このシリコーンゴム水分散液を押し出し電線用浴槽に満たした。次でこの浴槽中に硬質塩化ビニル樹脂で被覆された直径 5 mm の電線を線速 30 mm/分 で浸漬し通過させた後、乾燥炉を通して電線表面に付着した水分を除いた。得られた電線の表面には非ブロッキング性であり、滑り性が良好であった。

液(白金含有量 3 重量%) 0.6 部を加えて混合した(混合物 B)。この混合物 A と混合物 B を実施例 1 と同様にしてコロイドミルにて混合し液状シリコーンゴム組成物の水分散液を得た。得られた水分散液をそのまま 24 時間放置して前記液状シリコーンゴム組成物を硬化させたところ、平均粒子径 7  $\mu$ m のシリコーンゴム粒状物を含む水分散液が得られた。次いでこの水分散液を実施例 1 と同様な浴槽に満たし、次でこの浴槽中に加熱硬化型シリコーンゴムで被覆された直径 8 mm の電線を線速 30 mm/分 で浸漬し通過させた。得られた電線を乾燥しその表面状態を調べたところ、その表面にはブロッキング性が全く見られず、また従来ブロッキング防止のために用いられているタルクを付着させた電線表面に比べてマーキングインクの付着性が良好であった。

#### 実施例 3

実施例 1 で得られたシリコーンゴム粒状物の水分散液 100 部に水 100 部と実施例 1 で用いた界面活性剤 0.25 部を加えて混合した。得られた混合物を梱包輸送用金属製コンベアー

ベルトの両側の壁にスプレーにて塗布した後、10kgカートンケースから成る梱包物を押し出したところ途中で停止することなく容易に移動し滑り効果が極めて良好であることが分かった。

#### 実施例4

実施例2で得られたシリコーンゴム粒状物の水分散液100部に水100部と実施例2で用いた界面活性剤0.25部を加えて混合した。得られた混合物を日本式建屋の引戸の滑すなわち敷居にスプレーにて塗布した後、次いで引戸(横)を移動させ滑り抵抗値が増加するまでの回数を調べたところ、その引戸の移動回数は200回以上であった。

比較のため、上記シリコーンゴム粒状物の水分散液の替わりにジメチルポリシロキサン(トーレ・シリコーン(株)製SH200/100センチストークス)を使用する以外は上記と同様にして引戸の移動回数を調べたところ、引戸の移動回数は105回目で滑り抵抗値が増大した。

#### 実施例5

クロムノッキを施した金属板2枚の間に、プレス用枠金型(150×250×2mm)を挟み、

該金属板に実施例1で得たシリコーンゴム粒状物の水分散液をスプレーにて噴霧塗布し、20分間室温にて乾燥した。次いでこの金型内部に液状シリコーンゴム組成物[トーレ・シリコーン(株)性SE6706]を注入し、これを150℃にて5分間加熱し硬化させた。しかる後得られた成形品を金型から取り出したところ金型からの離型性は極めて良好であり、また成形品表面は光沢があった。

比較のために上記においてシリコーンゴム粒状物の水分散液を使用しない以外は上記と同様にして成形品を得たところ、成形品は金型から容易に離型できず、また、その表面は光沢がなかった。

#### [発明の効果]

本発明は(A)水 所定量、(B)シリコーンゴム粒状物 所定量、及び(C)界面活性剤 所定量から成るシリコーンゴム粒状物の水分散液なので、保存安定性に優れ、これを各種基材類に塗布した場合には該基材類に対して優れた潤滑性と優れた離型性を付与するという特徴を有する。

【公報種別】特許法第17条の2の規定による補正の掲載  
 【部門区分】第3部門第3区分  
 【発行日】平成5年(1993)9月7日

【公開番号】特開昭63-309565  
 【公開日】昭和63年(1988)12月16日  
 【年通号数】公開特許公報63-3096  
 【出願番号】特願昭62-146681  
 【国際特許分類第5版】

C09D 183/04 PMS 6939-4J  
 5/00 PPK 6904-4J  
 PSD 6904-4J

C10M 107/50  
 173/00 9159-4H  
 // C10N 20:06 Z 8217-4H  
 30:06  
 40:36  
 50:02

手形補正

平成4年 8月12日

特許庁長官 麻生 渡 殿

1. 事件の表示

昭和62年特許願第146681号

2. 発明の名称

潤滑・離型剤(補正後)

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

郵便番号 103

住所 東京都中央区日本橋室町二丁目3番18号

名称 東レ・ダウコーニング・シリコーン株式会社

代表者 森 中 正 巳

(連絡先 電話0438-21-3101特許部)

4. 補正命令の日付

自発

5. 補正により増加する発明の数

0

6. 補正の対象

明細書の「発明の名称」の欄、「特許請求の範囲」の欄および  
 「発明の詳細な説明」の欄

7. 補正の内容

明細書中

(1) 発明の名称の欄

「シリコーンゴム粒状物の水分散液」を

「潤滑・離型剤」と補正する。

(2) 特許請求の範囲を別紙のとおりに補正する。

(3) 第1頁第19行~第20行、第3頁第5行  
 ~第6行

「水分散液に関する」を

「水分散液であることを特徴とする潤滑・離型剤に関する」と補正する。

(4) 第2頁第1行

「水分散液に」を

「水分散液である潤滑・離型剤に」と補正する。

(5) 第2頁第18行

「水分散液を」を

「水分散液である潤滑・離型剤を」と補正する。

(6) 第11頁第5行

「水分散液は」を

「潤滑・離型剤は」と補正する。

(7) 第11頁第8行  
「潤滑剤あるいは離型剤」を

「プラスチック、ゴム、金属、木等の潤滑・離  
型剤」と修正する。

(8) 第15頁第15行～第16行、第18頁第  
4行～第5行

「トーレ・シリコーン」を

「東レ・ダウコーニング・シリコーン」と修正す  
る。

(9) 第18頁第18行

「本発明は」を

「本発明の潤滑・離型剤は」と修正する。

2. 特許請求の範囲

1 (A)水 100重量部、

(B)平均粒子径0.1～1000 $\mu$ mのシリコー  
ンゴム粒状物 1～35重量部、  
及び

(C)界面活性剤 0.05～10重量部  
から成るシリコーンゴム粒状物の水分散液であ  
ることを特徴とする潤滑・離型剤。

**THIS PAGE BLANK (USP10)**